

На правах рукописи

НАСИБУЛЛИН РАМИЛЬ ТАХИРОВИЧ

**ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ РАЗРЯДЫ МЕЖДУ ПРОТОЧНЫМ
ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИМ КАТОДОМ
И МЕТАЛЛИЧЕСКИМ АНОДОМ ПРИ АТМОСФЕРНОМ
И ПОНИЖЕННЫХ ДАВЛЕНИЯХ**

Специальность: 01.02.05 – Механика жидкости, газа и плазмы

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Казань 2013

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования (ФГБОУ ВПО) «Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева - КАИ» на кафедре «Техническая физика».

Научный руководитель: – доктор технических наук, профессор
Гайсин Азат Фивзатович

Официальные оппоненты: – Абдуллин Ильдар Шаукатович,
доктор технических наук, профессор,
Казанский национальный исследовательский
технологический университет

– Гимадеев Минахмет Минхайдарович,
кандидат технических наук,
филиал Казанского (Приволжского)
федерального университета в г. Набережные
Челны

Ведущая организация: – ОАО «ВАКУУММАШ» г. Казань

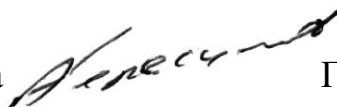
Защита состоится «___» _____ 2013 года в _____ часов на заседании диссертационного совета Д 212.080.11 при ФГБОУ ВПО «Казанский национальный исследовательский технологический университет» по адресу: 420015, г. Казань, ул. Карла Маркса, 68 (зал заседаний ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВПО «Казанский национальный исследовательский технологический университет».

Электронный вариант автореферата размещен на сайте ФГБОУ ВПО «Казанский национальный исследовательский технологический университет» (www.kstu.ru).

Автореферат разослан «___» _____ 2013 г.

Ученый секретарь диссертационного совета



Герасимов А.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Электрические разряды между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом представляют большой практический интерес. Это связано с большими возможностями использования указанных разрядов в технологических процессах: нанесение высокотехнологичных антикоррозионных и защитных покрытий, очистка и полировка металлических поверхностей, электротермическая обработка материалов. В последние годы определились новые перспективные направления применения разряда с электролитическими электродами в плазмохимии, электронике и машиностроении: одностадийное получение мелкодисперсных порошков из углеродистых и инструментальных сталей, синтез органических соединений в растворах электролитов, очистка воды, стерилизация растворов и изделий. Новые технологические процессы позволяют экономить реагенты, сырье, повышать производительность труда, качество, надежность и долговечность изделий. Физика плазмы электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом как при атмосферном, так и пониженных давлениях практически не изучена. В настоящее время слабо изучено взаимодействие неравновесной плазмы электрического разряда между проточным электролитическим катодом и твердым анодом с поверхностями материалов при пониженных давлениях.

Всё это сдерживает разработку плазменных установок с использованием электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом и внедрение этих установок в производство. В связи с изложенным, экспериментальное исследование электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом при атмосферном и пониженных давлениях представляет актуальную задачу.

Целью данной работы является установление характеристик и закономерностей физических процессов, протекающих в электрическом разряде между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом при атмосферном и пониженных давлениях и создание на их основе устройств для практического применения в плазменной технике и технологии.

Задачи исследования:

1. Разработать и создать экспериментальную установку для исследования электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом.

2. На базе созданной экспериментальной установки провести исследования электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом в диапазоне напряжения $U = 50 \div 4000$ В, тока разряда $I = 0,01 \div 10$ А, давления $P = 2 \div 100$ кПа, межэлектродного расстояния $l = 0,5 \div 100$ мм и скорости течения электролита $v = 0 \div 0,5$ м/с.

3. На основе проведенных экспериментальных исследований изучить развитие и структуры электрического разряда, вольтамперные характеристики (ВАХ), распределения потенциала в проточном электролитическом катоде, распределения потенциала и напряженности электрического поля в

электрическом разряде, плотности тока на проточном электролитическом катоде и металлическом аноде, пульсации тока и напряжения разряда в широком диапазоне параметров U, I, P, l, v .

4. Обобщить вольтамперные характеристики электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом в широком диапазоне параметров U, I, P, l .

5. Разработать методику получения наноразмерных порошков никеля и оксида железа при пониженном давлении.

Методики исследований. Для решения поставленных задач применены современные методики исследований и измерительные приборы.

Для исследования электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом создан измерительный комплекс, в который входят:

1) одиночный зонд для измерения плавающего потенциала в электрическом разряде;

2) электростатический вольтметр типа С50 (класс точности 0,5), вольтметр типа М381 (класс точности 1,5), амперметр типа Ц-4311 (класс точности 0,5), мультиметры типа МУ64 (класс точности 1,5) для измерения электрических параметров разряда;

3) вакуумметр ТВ-610 МТИ (класс точности 0,6) для измерения давления в разрядной камере;

4) универсальный двухканальный осциллограф ОСУ-20 для измерения пульсаций тока и напряжения разряда;

5) микроскоп СП-52 для наблюдения и измерения размеров катодных и анодных пятен;

6) цифровой фотоаппарат Canon 400D, цифровая видеокамера JVC GH-HD7ER, скоростные видеокамеры Fastec Troubleshooter LE для регистрации наблюдаемых разрядов.

При определении свойств и характеристик получаемых порошков использовались стандартные методики измерения физико-механических свойств материалов, электронная микроскопия, спектроскопия и металлографические исследования.

Степень достоверности научных результатов определяется применением физически обоснованных методик измерений, проведением исследований с использованием разных методов и сопоставлением их результатов с известными экспериментальными и теоретическими данными других авторов. Все эксперименты проводились с применением современных измерительных приборов высокого класса точности на стабильно функционирующей установке с хорошей воспроизводимостью экспериментальных данных, обработанных на ЭВМ с применением методов математической статистики.

Научная новизна исследований:

В результате экспериментальных исследований установлены особенности и характеристики электрических разрядов между металлическим анодом (сталь 45, никель Н0) и проточным электролитическим катодом (техническая вода,

растворы NaCl и CuSO₄ в технической и очищенной воде):

- отклонение напряжения электрического пробоя от обобщенной кривой Пашена в диапазоне давлений $P = 2 \div 100$ кПа;
- искажение структуры катодных пятен под действием течения электролита;
- появление темного пространства со стороны катодного пятна при угле конусности разряда $\alpha \approx 120^\circ$;
- выполнения закона Геля для анода в интервале $I = 1 \div 4$ А, а для электролитического катода $I = 1 \div 1,5$ А;
- переход аномального тлеющего разряда (АТР) в многоканальный разряд (МР) при атмосферном и пониженных давлениях;
- распределение потенциала и напряженности электрического поля при переходе АТР в МР;
- увеличение коэффициента пульсации тока при переходе АТР в МР;
- увеличение коэффициента пульсаций тока разряда с уменьшением давления в диапазоне $P = 2 \div 100$ кПа.

Практическая ценность. Результаты исследования служат основой для понимания физических процессов, происходящих в электрическом разряде между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом при пониженном давлении. Результаты обобщения ВАХ можно использовать для расчета режимов работы плазменных установок с проточными электролитическими катодами в широком диапазоне тока и напряжения разряда, давления и межэлектродного расстояния. Разработаны методики получения наноразмерных порошков никеля и оксида железа при пониженном давлении.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Результаты экспериментального исследования электрического пробоя между металлическим анодом (сталь 45, никель Н0) и проточным электролитическим катодом (техническая вода, растворы NaCl и CuSO₄ в технической и очищенной воде).
2. Результаты экспериментального исследования характеристик электрического разряда между металлическим анодом (сталь 45, никель Н0) и проточным электролитическим катодом (техническая вода, растворы NaCl и CuSO₄ в технической и очищенной воде) в широком диапазоне параметров U , I , P , l , v .
3. Результаты экспериментального исследования взаимного перехода АТР в МР, а также пульсаций тока и напряжения АТР и МР в диапазоне $P = 2 \div 100$ кПа.
4. Результаты обобщения ВАХ электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом.
5. Методики получения наноразмерных порошков никеля и оксида железа при пониженных давлениях.

Апробация работы. Основные результаты данной диссертации докладывались и обсуждались на следующих конференциях и семинарах: Международной научно-практической конференции «Исследование, разработка

и применение высоких технологий в промышленности», Санкт-Петербург, 2008, 2009 и 2010 г.; Международной молодежной научной конференции «ТУПОЛЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ», Казань, КГТУ им. А.Н. Туполева, 2009 и 2010 г.; Международной (Звенигородской) конференции по физике плазмы и УТС, Москва, 2010 и 2011 г.; II студенческой международной научно-практической конференции «Интеллектуальный потенциал XXI века: ступени познания», Новосибирск, 2010 г.; Международной конференции «Физика высокочастотных разрядов», Казань, КНИТУ, 2011 г.; Международной научной конференции «Плазменные технологии исследования, модификации и получения материалов различной физической природы», Казань, КНИТУ, 2012 г.

Личный вклад автора заключается в создании экспериментальной установки в соответствии с целями исследования; непосредственном участии в проведении экспериментов; в обработке, анализе и обобщении экспериментальных результатов; в разработке методики получения наноразмерных порошков с использованием электрического разряда с проточным электролитическим катодом при пониженном давлении.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 13 печатных работ (3 статьи в ведущих рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК; 10 работ в материалах конференций).

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, выводов и списка использованной литературы. Работа изложена на 114 страницах машинописного текста, содержит 45 рисунков, 3 таблицы и список литературы из 102 источников отечественных и зарубежных авторов.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, ее цель, формируются задачи исследования, основные защищаемые положения и научная новизна результатов.

В первой главе проведен анализ известных экспериментальных и теоретических исследований электрических разрядов между электролитическим и металлическим электродами, а также обсуждаются области их практических применений, сформулированы задачи диссертационной работы.

Во второй главе приведены описания экспериментальной установки, измерительной аппаратуры и методики проведения исследований.

Установка позволяет исследовать электрические разряды в диапазоне $U = 50 \div 4000$ кВ, $I = 0,01 \div 10$ А, $P = 2 \div 100$ кПа, $l = 0,5 \div 100$ мм и $v = 0 \div 0,5$ м/с. Экспериментальная установка (рис. 1) состоит из системы электропитания электрического разряда 1, вакуумной разрядной камеры 2; системы регулирования и контроля давления в разрядной камере 3; электролитической ванны 4 с системой циркуляции электролита 5; аппаратуры оптических исследований разряда 6; аппаратуры измерения параметров электролита 7; аппаратуры измерения параметров электрического разряда 8; аппаратуры защиты и управления работой установки.

Система электропитания электрического разряда 1 состоит из регулятора напряжения, повышающего трансформатора, выпрямительного блока и сглаживающего фильтра. Она обеспечивает подачу регулируемого стабилизированного постоянного напряжения по токопроводам в разрядную камеру 2.

Разрядная камера 2 состоит из основания и колпака, соединенные между которыми уплотнено вакуумной резиной. Основание и колпак разрядной камеры изготовлены из оргстекла толщиной 30 мм. В колпаке разрядной камеры имеется отверстие диаметром 100 мм, закрываемое крышкой из кварцевого стекла, которое служит для оптических исследований разряда. Соединение крышки также уплотнено вакуумной резиной. Для лучшей герметичности уплотнительная резина смазывается вакуумной смазкой. В основании разрядной камеры проделаны специальные отверстия, куда герметично вставлены штуцеры. Они соединяют камеру с элементами системы регулирования и контроля давления в разрядной камере 3: вакуумным насосом, вентилями и вакуумметром. Внутри камеры установлены механизм перемещения металлического анода 9, координатное устройство измерительного зонда 10, электролитическая ванна 4 и система циркуляции электролита 5.

Электролитическая ванна 4 состоит из диэлектрического корпуса, металлической пластины, служащей для подвода напряжения к электролиту, и металлического анода 11. Подвод электролита в электролитическую ванну и отвод электролита из неё осуществляется системой циркуляции электролита 5. Эта система обеспечивает очистку отработанного электролита, его охлаждение и повторную подачу в электролитическую ванну.

Для измерения напряжения электрического разряда использовался электростатический вольтметр типа С50 класса точности 1,0. Измерение тока разряда проводилось с помощью амперметра Ц-4311 класса точности 0,5, а также с помощью цифрового мультиметра типа МУ64 класса точности 0,5.

Потенциал φ между электролитическим катодом и металлическим анодом измерялся цилиндрическим измерительным зондом 12, который вводился в зону разряда через направляющий керамический капилляр. Диаметр вольфрамовой нити зонда равен 0,2 мм. Измерения потенциала φ производились с использованием электростатического вольтметра типа С50, а также цифровым мультиметром типа МУ64 для сравнения результатов исследований. Экстраполяция к нулевому расстоянию между металлическим и электролитическим электродами дает приэлектродные падения потенциала. По измеренным распределениям потенциала φ проведены расчеты распределения напряженности электрического поля E в межэлектродном промежутке по формуле $E = -grad(\varphi)$.

Давление в разрядной камере измерялось вакуумметром ТВ-610 МТИ. Для наблюдения пульсаций тока использовался осциллограф ОСУ-20, который подключался через делитель со ступенчато изменяемым коэффициентом деления. Катодное и анодное пятна изучали с помощью микроскопа СП-52. Для каждого набора значений межэлектродного расстояния, давления, материала

электродов регистрация параметров проводилась не менее 7 раз. Также регистрация проводимых экспериментов осуществлялась цифровой видеокамерой JVC GH-HD7ER, а фотографирование разряда осуществлялось цифровым фотоаппаратом Canon 400D.

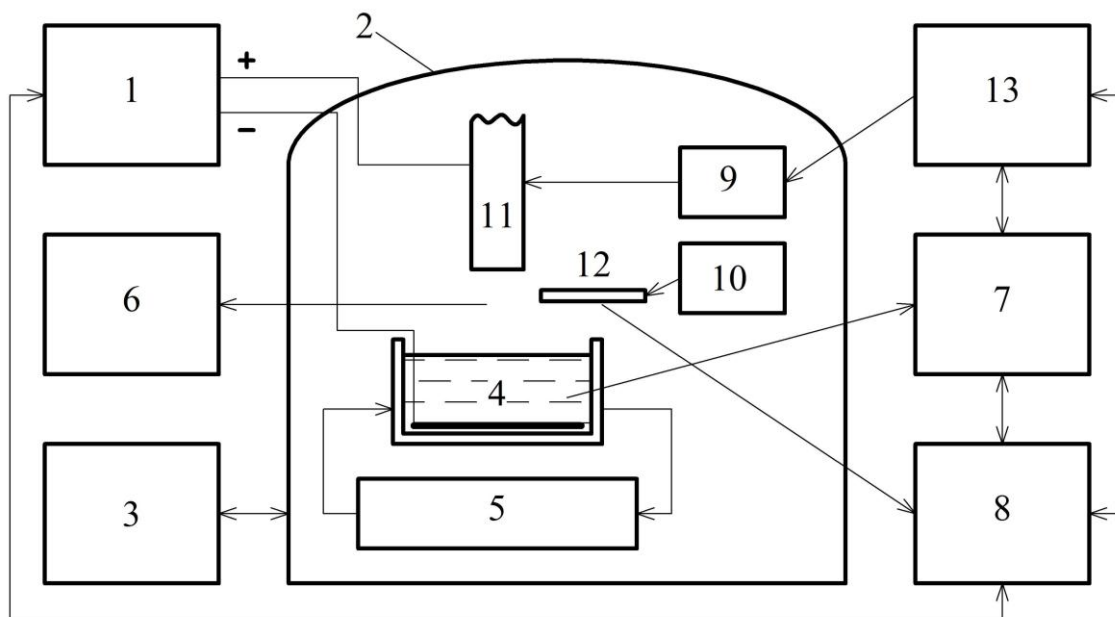


Рис. 1. Структурная схема экспериментальной установки

В третьей главе приведены результаты экспериментальных исследований электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом при атмосферном и пониженном давлениях в диапазоне $U = 50 \div 4000$ В, $I = 0,01 \div 10$ А, $P = 2 \div 100$ кПа, $l = 0,5 \div 100$ мм и $v = 0 \div 0,5$ м/с для различного состава и концентрации электролита. В качестве металлического анода использовались сталь 45, никель Н0. В качестве электролитического катода использовались проточные техническая и очищенная вода, растворы солей NaCl, CuSO₄ в технической и очищенной воде.

На рис. 2 представлены результаты экспериментального исследования напряжения электрического пробоя между стальным анодом и проточным электролитическим катодом из технической воды, а также 0,5% раствором NaCl в технической воде. Как видно из рис. 2, величина напряжения пробоя $U_{пр}$ значительно отклоняется от обобщенной кривой Пашена 1. Сравнение кривых 1, 2 и 3 показывает, что происходит расслоение кривых 2 и 3. Это расслоение возрастает с повышением давления. С увеличением проводимости электролитического катода (0,5% раствор NaCl в технической воде – кривая 3) величина $U_{пр}$ значительно уменьшается по сравнению с кривой Пашена.

Исследование развития электрических разрядов позволило выявить ряд характерных особенностей. Анодное пятно занимает всю торцевую или участки торцевой поверхности металлического анода. При атмосферном давлении на поверхности металлического анода наблюдается светящаяся пленка с отдельными точечными пятнами внутри. В зависимости от материала анода на его поверхности появляются распределенные свечения. Катодное пятно при $P = 100$ кПа кажется сплошным, однако исследования с помощью микроскопа

СП-52 показали, что катодное пятно также состоит из уплотненных точечных пятен, каждое из которых соответствует одному каналу многоканального разряда. При увеличении тока разряда катодное пятно становится неустойчивым и распадается на два или более катодных пятна. С уменьшением давления происходит увеличение угла конусности разряда. Когда этот угол достигает $\alpha \approx 120^\circ$, происходит разрыв видимого конуса разряда и со стороны катодного пятна появляется темное пространство (рис. 3).

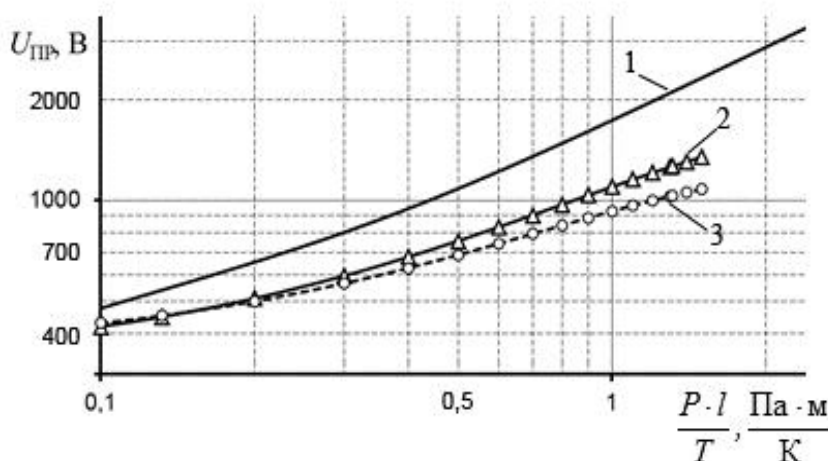


Рис. 2. Сравнение экспериментальных данных с обобщенной кривой Пашена (анод – сталь 45, $d_A = 6$ мм):
 1 – обобщенная кривая Пашена;
 2 – катод – техн. вода;
 3 – катод – 0,5% р-р NaCl в техн. воде

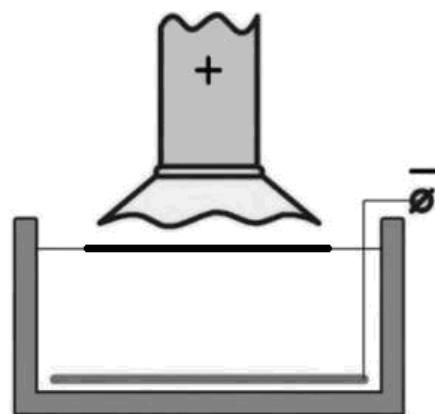


Рис. 3. Структура разряда с темным пространством у поверхности электролитического катода при $P = 75$ кПа, $l = 10$ мм. (катод – техн. вода)

Анализ экспериментальных данных также показал, что точечные пятна на электролитическом катоде и аноде постоянно перемещаются. Скорость их перемещения зависит от плотности тока разряда. С ростом плотности тока скорость перемещения точечных пятен возрастает. Скорость перемещения точечных пятен на аноде выше, чем на электролитическом катоде. Эти точечные пятна появляются и исчезают. Они соответствуют рождению и исчезновению отдельных микроканалов. При постоянном токе разряда количество каналов и соответствующие им точечные пятна на электролитическом катоде и аноде остаются примерно постоянными. С увеличением тока разряда число каналов, скорость их рождения и исчезновения увеличиваются.

С понижением давления растет время жизни микроканалов, а скорость их перемещения в объеме разряда снижается. Например, с понижением P можно увеличить время жизни микроканалов до нескольких десятков секунд. Однако долго удерживать время жизни канала не представляется возможным. Это объясняется тем, что в точечных пятнах на электродах наблюдается повышение плотности тока, из-за чего происходит разрушение локальной неровности поверхности металлического анода. При этом канал становится нестабильным, а затем гаснет. Одновременно в другом месте межэлектродного промежутка рождается новый канал. Этот механизм позволяет объяснить технологический процесс очистки и полировки поверхности металлического анода.

На фотографиях рис. 4, *а* и *б* представлены горения АТР (рис. 4, *а*) и МР (рис. 4, *б*) при взаимном переходе. Как видно из фотографии рис. 4, *а*, АТР имеет сплошную конусообразную форму с ярким ореолом вокруг разряда. После перехода АТР в МР структура разряда меняется.

Из фотографии рис. 4, *б* по отражению от электролитического катода видно, что МР состоит из множества микроканалов. МР также окружен ореолом, однако заметно меньшей яркости, чем АТР.

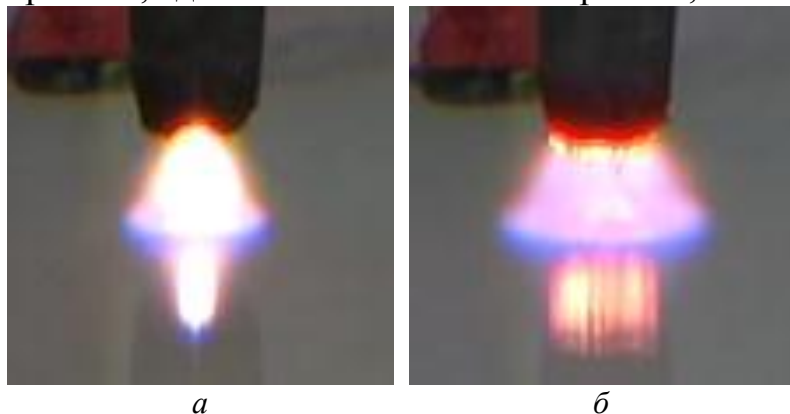


Рис. 4. Фотографии АТР и МР для различных токов в процессе взаимного перехода при $P = 20$ кПа, $d_A = 5$ мм, $l = 5$ мм, $U = 750$ В, $v = 0,05$ м/с:
а – фотография АТР до перехода АТР в МР: $I = 230$ мА;
б – фотография МР после перехода АТР в МР: $I = 250$ мА

Исследование зависимостей плотностей тока от величины тока разряда (рис. 5) показало, что при $I = 0,5$ А происходит переход АТР в МР, сопровождающийся значительным увеличением площадей анодного и катодного пятен. Поэтому величина плотности тока на аноде и катоде уменьшаются. В диапазоне $I = 1 \div 3$ А величина j_A практически не меняется. В данном диапазоне тока разряда для анода выполняется закон Геля. Однако для электролитического катода (кривая 2) закон Геля выполняется только в узком интервале $I = 1 \div 1,5$ А. С ростом I в диапазоне от 1,5 до 3 А величина j_K возрастает в 1,5 раза.

Исследования показали, что при токах, соответствующих участку выполнения закона Геля для анода и выше, происходит разрушение материала анода с образованием мелкодисперсного порошка.

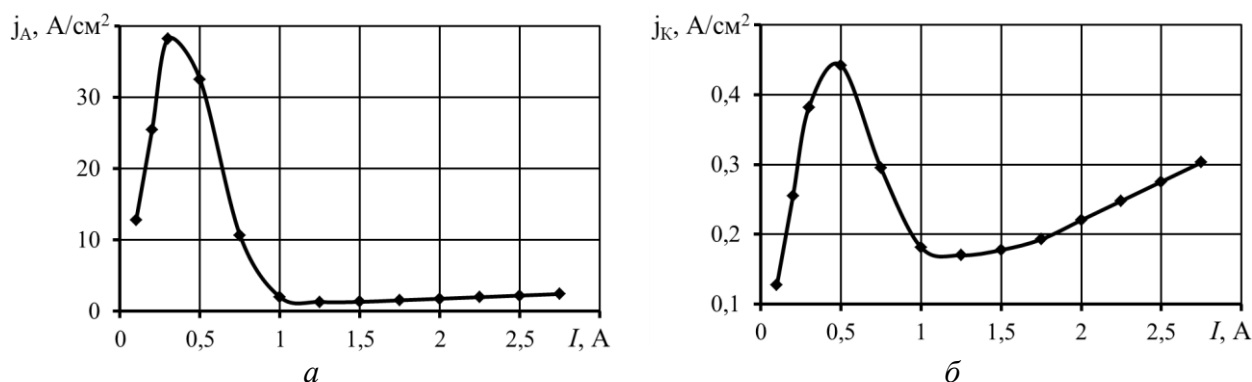


Рис. 5. Зависимости плотности тока на металлическом аноде (*а*) и электролитическом катоде (*б*) от тока разряда (анод – сталь 45, катод – техн. вода, $P = 75$ кПа, $d_A = 6$ мм, $l = 8$ мм, $v = 0,05$ м/с)

Исследования распределения потенциала в электролитическом катоде показали, что при $v = 0$ м/с зависимости распределения потенциала имеют колоколообразную форму, симметричную относительно оси анода (рис. 6). Максимальное значение потенциала наблюдается в центре катодного пятна на

поверхности электролита. Это значение потенциала соответствует падению напряжения в электролите в целом.

Появление течения приводит к искажению формы катодного пятна и нарушению симметрии распределения потенциала в электролите. Точка максимального потенциала смещается относительно оси анода. Искжение симметрии тем сильнее, чем больше скорость течения электролита.

Анализ экспериментальных данных показал, что падение напряжения в электролите определяется в основном током разряда, составом электролита, и практически не зависит от давления. Скорость течения электролита оказывает незначительное влияние на величину падения напряжения в электролите, но приводит к заметному искажению формы распределения потенциала.

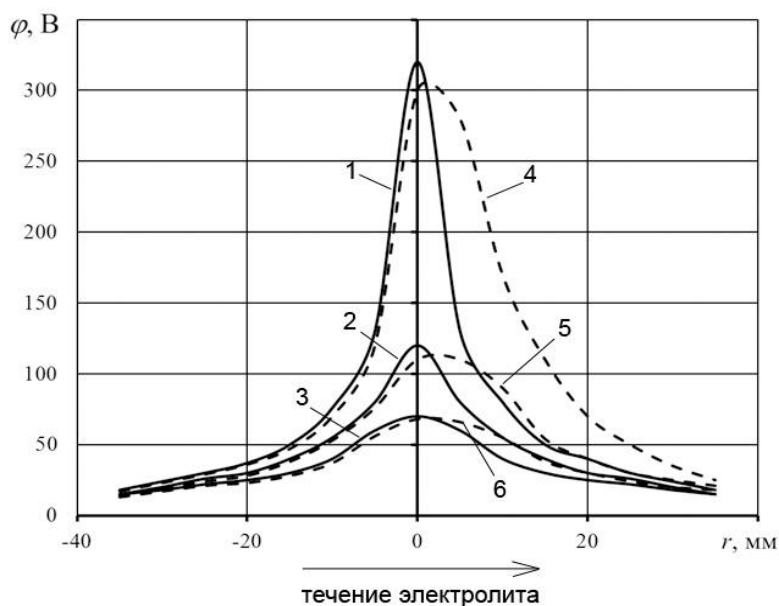


Рис. 6. Распределение потенциала в электролитическом катоде (техн. вода) при $P = 100$ кПа, $I = 0,5$ А для скоростей течения $v = 0$ м/с (1, 2, 3) и $v = 0,1$ м/с (4, 5, 6) на глубинах:
1, 4 — $h = 0$ мм;
2, 5 — $h = 5$ мм;
3, 6 — $h = 10$ мм.

Исследование ВАХ разрядов (рис. 7) показало, что с ростом величины давления напряжение разряда возрастает. На характер ВАХ значительное влияние оказывает концентрация электролита. Если для электролитического катода из технической воды ВАХ имеют слабовозрастающий характер, то с ростом проводимости электролитического катода крутизна ВАХ увеличивается. Как видно из рис. 7, понижение давления также приводит к росту крутизны ВАХ.

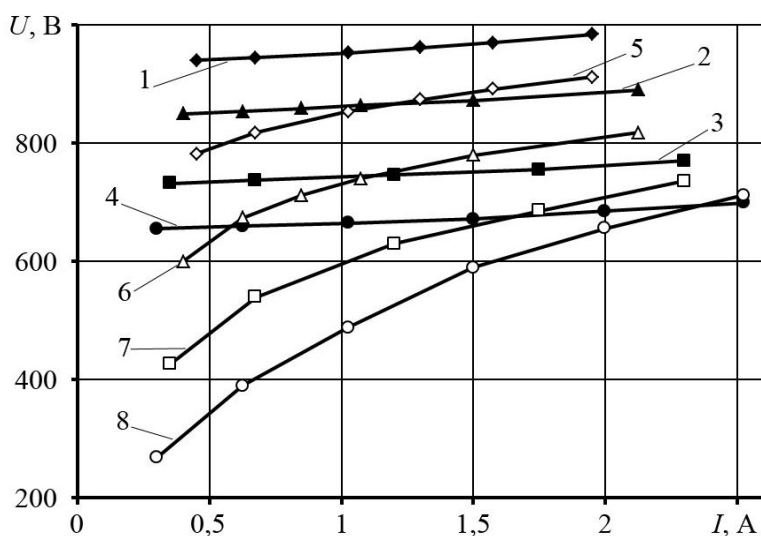


Рис. 7. ВАХ разряда между металлическим анодом (сталь 45) и проточным электролитическим катодом при $d_A = 6$ мм, $l = 5$ мм, $v = 0,05$ м/с:
(1, 2, 3, 4 — катод — техн. вода;
5, 6, 7, 8 — катод — 0,5%-ный р-р NaCl в техн. воде):
1, 5 — $P = 70$ кПа;
2, 6 — $P = 40$ кПа;
3, 7 — $P = 20$ кПа;
4, 8 — $P = 5$ кПа

Сравнение ВАХ разрядов при различных l (рис. 8) показало, что увеличение l приводит к возрастанию крутизны ВАХ.

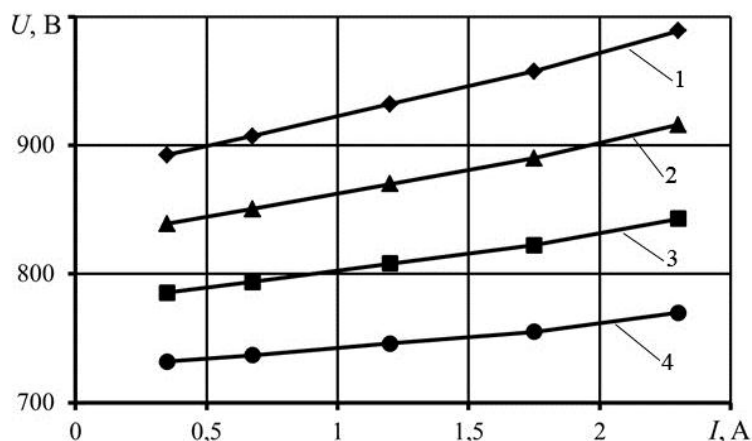


Рис. 8. ВАХ разряда между металлическим анодом (сталь 45) и проточным электролитическим катодом (техн. вода) при $d_A = 6$ мм, $P = 20$ кПа, $v = 0,05$ м/с: 1 – $l = 20$ мм; 2 – $l = 15$ мм; 3 – $l = 10$ мм; 4 – $l = 5$ мм

Обобщения ВАХ разрядов (рис. 9) проводились с использованием теории подобия и размерности. Обобщенная ВАХ для системы: катод – 0,5 % р-р NaCl в очищенной воде, анод – сталь 45, имеет следующий вид:

$$\frac{U \cdot l^{0,5}}{I} = 1608,84 \cdot \left(\frac{I}{l^{0,75}} \right)^{-0,958} \cdot (P \cdot l)^{0,13758} \quad (1)$$

При использовании в качестве анода никеля Н0, обобщенная ВАХ имеет следующий вид:

$$\frac{U \cdot l^{0,5}}{I} = 1812,32 \cdot \left(\frac{I}{l^{0,75}} \right)^{-0,931} \cdot (P \cdot l)^{0,20152} \quad (2)$$

Сравнение кривых рис. 9, а и б показывает, что материал анода слабо влияет на характер обобщенных ВАХ разрядов. Максимальное среднеквадратическое отклонение экспериментальных значений напряжения разряда от расчетных, полученных по формулам (1) и (2), составляет менее 5%. Поэтому их можно рекомендовать для инженерного расчета плазменных установок с проточным электролитическим катодом.

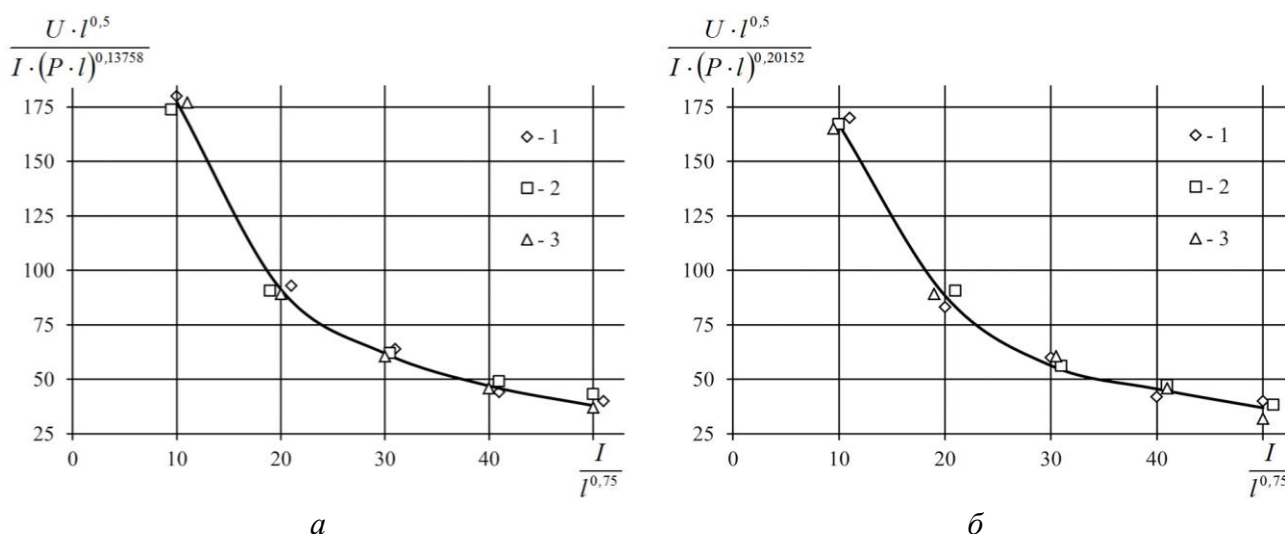


Рис. 9. Обобщенные ВАХ разрядов между проточным электролитическим катодом (0,5% р-р NaCl в очищенной воде) и металлическим анодом (а – сталь 45, б – никель Н0) и экспериментальные точки для: 1 – $l = 5$ мм, 2 – $l = 10$ мм, 3 – $l = 15$ мм.

Изучение распределения потенциала и напряженности электрического поля позволило выявить ряд различий между АТР и МР. В случае горения АТР при $P = 20$ кПа и $l = 5$ мм (рис. 10) величина E уменьшается до нуля, что характерно для тлеющего разряда между металлическими электродами. Однако в случае МР напряженность поля до нуля не снижается.

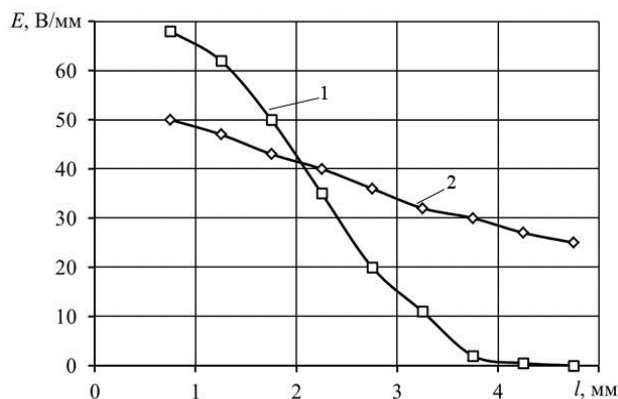


Рис. 10. Распределение напряженности электрического поля до и после перехода АТР в МР при $P = 20$ кПа, $d_A = 5$ мм, $l = 5$ мм (анод – сталь 45, катод – техн. вода):
1 - АТР – $U = 750$ В и $I = 230$ мА;
2 - МР – $U = 750$ В и $I = 250$ мА.

В случае горения МР на участке $l > 5$ мм (рис. 11) наблюдается минимальное значение величины $E \approx 20$ В/мм, а затем повышение напряженности поля. Анализ экспериментальных данных показал, что с дальнейшим ростом l появляется плазменный столб МР, характеризующийся постоянным значением напряженности поля.

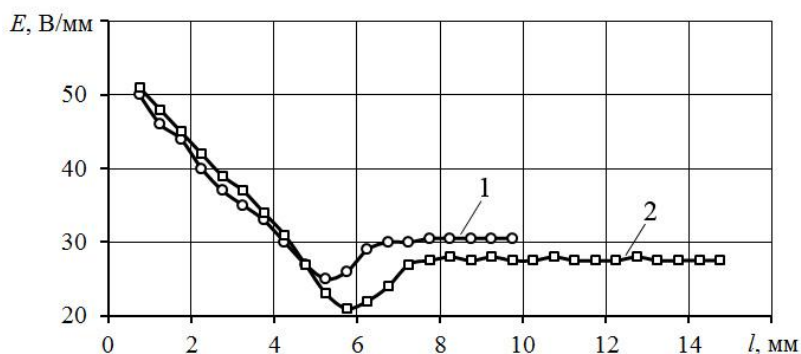


Рис. 11. Распределение напряженности электрического поля МР при $P = 20$ кПа:
1 – $l = 10$ мм, 2 – $l = 15$ мм

Исследования пульсаций тока разряда показали, что при $P = 100$ кПа для АТР характерны низкочастотные пульсации с основной гармоникой $25 \div 30$ Гц (рис. 12,а). Форма пульсаций I имеет несимметричный характер. Время длительности минимума амплитуды значительно меньше времени максимума. В пульсациях тока присутствуют высокочастотные (ВЧ) составляющие. Максимумы и минимумы амплитуды основной гармоники тока промодулированы пульсацией с частотой $150 \div 180$ Гц. Коэффициент пульсаций тока для АТР при $P = 100$ кПа находится в пределах $12 \div 16$ %. С ростом $I > 0,37$ А при $P = 100$ кПа АТР переходит в МР.

Как видно из рис. 12,б, форма пульсаций тока МР отличается от пульсаций тока АТР. Частота основной гармоники пульсаций тока не изменяется, а частота ВЧ составляющей пульсаций уменьшается. Амплитуда ВЧ составляющей увеличивается по сравнению с АТР. Коэффициент пульсаций тока для МР при $P = 100$ кПа находится в пределах $15 \div 20$ %.

Пульсации тока АТР при $P = 20$ кПа показаны на рис. 12,в. ВЧ пульсации на минимумах амплитуды основной гармоники исчезают и наблюдается участок

плавного нарастания тока. При $P = 20$ кПа коэффициент пульсаций возрастает и составляет $14 \div 20\%$. Для МР изменения также связаны с минимумом амплитуды основной гармоники пульсаций тока (рис. 12,з). Увеличивается амплитуда ВЧ пульсаций тока разряда, а коэффициент пульсаций возрастает и составляет $18 \div 24\%$.

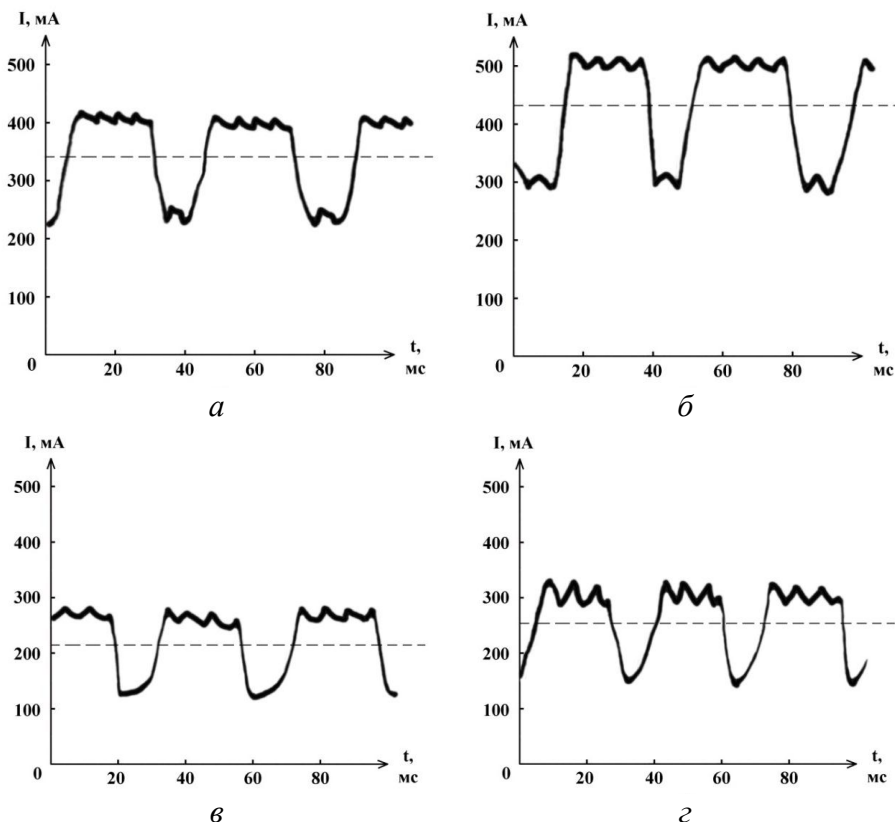


Рис. 12. Пульсации тока разряда

a – АТР ($P = 100$ кПа,

$I_c = 0,34$ А, $U_c = 980$ В);

б – МР ($P = 100$ кПа,

$I_c = 0,42$ А, $U_c = 990$ В).

в – АТР ($P = 20$ кПа,

$I_c = 0,21$ А, $U_c = 650$ В);

з – МР ($P = 20$ кПа,

$I_c = 0,25$ А, $U_c = 665$ В).

I_c и U_c – средние

значения тока и

напряжения.

На рис. 13 приведены пульсации напряжения разряда при атмосферном и пониженном давлении. Амплитуда пульсаций напряжения разряда для АТР при $P = 100$ кПа составляет $\approx 22,5$ В (рис. 13,а). В МР (рис. 13,б) пульсации U с небольшой амплитудой (≈ 25 В) аналогичны пульсациям U для АТР. Более крупные пульсации напряжения МР с амплитудой ≈ 150 В наблюдаются из-за образования в МР новых каналов.

Анализ пульсаций U при пониженном давлении ($P = 20$ кПа) показал, что частота пульсаций уменьшается (рис. 13,в) по сравнению с АТР при атмосферном давлении. С ростом тока от 0,21 А до 0,25 А происходит переход АТР в МР. При этом амплитуда пульсации напряжения (рис. 13,з), соответствующей образованию нового канала МР, значительно увеличивается по сравнению с МР при атмосферном давлении.

На рис. 14 показаны зависимости коэффициента пульсаций тока МР от скорости течения проточного электролитического катода. Анализ полученных зависимостей показал, что увеличение скорости течения электролита приводит к увеличению коэффициента пульсаций тока разряда.

Таким образом, установлены характеристики и выявлены особенности физических процессов, протекающих в электрических разрядах между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом при атмосферном и пониженных давлениях, которые явились базой для разработки

методики получения наноразмерных порошков никеля и оксида железа при пониженных давлениях.

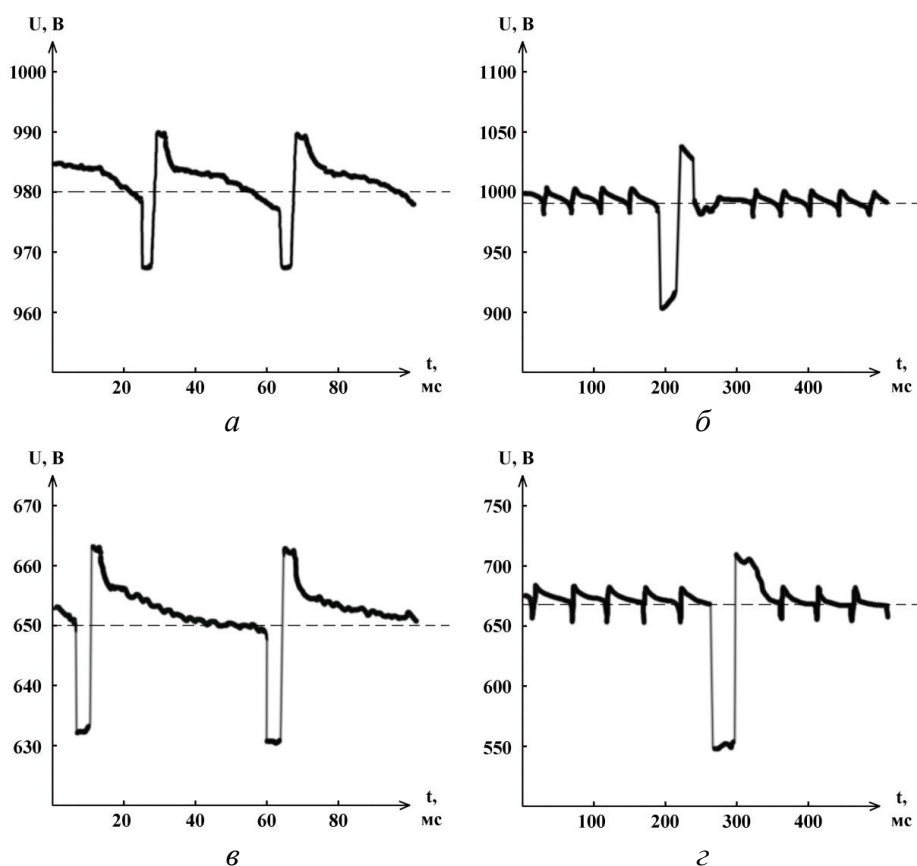


Рис. 13. Пульсации напряжения разряда:
a – АТР ($P = 100$ Па, $I_c = 0,34$ А, $U_c = 980$ В);
б – МР ($P = 100$ Па, $I_c = 0,42$ А, $U_c = 990$ В).
в – АТР ($P = 20$ кПа, $I_c = 0,21$ А, $U_c = 650$ В);
г – МР ($P = 20$ кПа, $I_c = 0,24$ А, $U_c = 665$ В)
 I_c и U_c – средние значения тока и напряжения.

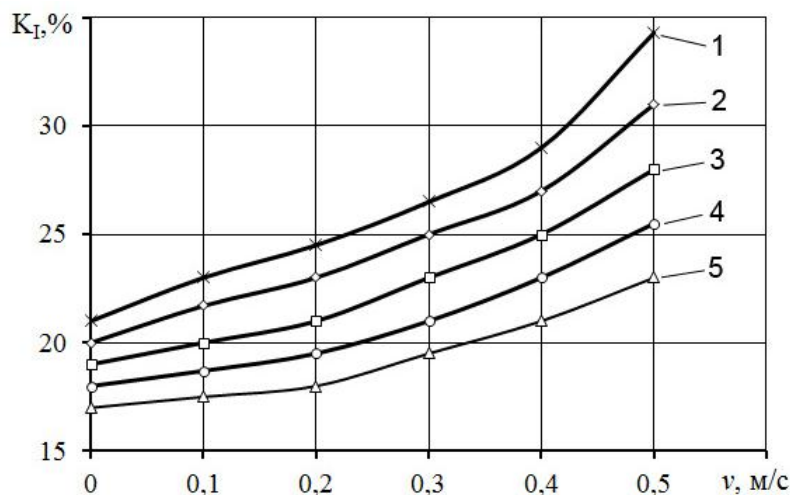


Рис. 14. Зависимость коэффициента пульсаций тока МР от скорости течения проточного электролитического катода при:
 1 – $P = 20$ кПа;
 2 – $P = 40$ кПа;
 3 – $P = 60$ кПа;
 4 – $P = 80$ кПа;
 5 – $P = 100$ кПа.

В четвертой главе в результате исследования электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом разработаны методики получения наноразмерных порошков никеля и оксида железа.

Как было показано выше, при определенных значениях j_A , происходит разрушение торцевой поверхности анода с образованием порошка, который преимущественно оседает в электролит.

Одной из поставленных задач являлось определение регрессионной зависимости получения порошка с определенным размером частиц (D) и с определенной производительностью получения (Π) от параметров

технологического процесса. При решении данной задачи использовались методы планирования многофакторного эксперимента, где учитывались линейные эффекты и эффекты взаимодействия. На основании предварительных исследований были выбраны основные параметры технологического процесса, оказывающие наибольшее влияние на производительность получения порошка и на средний размер частиц порошка: j_A – плотность тока на металлическом аноде, А/см²; P – давление, кПа; l – межэлектродное расстояние, мм.

Соответствие параметров технологического процесса факторам многофакторного эксперимента показано в таблице.

Параметры эксперимента	верхний уровень	нижний уровень	основной уровень	интервал варьирования
	X_{\max}	X_{\min}	X_0	ΔX
x_1 - плотность тока на аноде, А/см ²	2,4	0,4	1,4	1
x_2 - давление, кПа	20	2	11	9
x_3 - межэлектродное расстояние, мм	40	4	22	18

Применением метода многофакторного эксперимента получены уравнения регрессии, которые позволяют подбирать необходимые параметры технологического процесса для получения порошков с требуемыми размерами частиц и необходимой производительностью процесса получения.

Для технологического процесса получения порошка никеля получили следующие уравнения регрессии:

а) для среднего размера частиц:

$$D_{\text{ник}} = 0,7625 + 0,2375 \cdot x_1 + 0,3875 \cdot x_2 + 0,1250 \cdot x_3 + 0,0458 \cdot x_1 \cdot x_2 + 0,0667 \cdot x_1 \cdot x_3 \quad (3)$$

б) для производительности процесса получения порошка:

$$П_{\text{ник}} = 18,3125 + 8,8708 \cdot x_1 + 3,4875 \cdot x_2 + 1,3292 \cdot x_1 \cdot x_2 + 0,8792 \cdot x_1 \cdot x_3 + 0,5958 \cdot x_2 \cdot x_3 \quad (4)$$

Для технологического процесса получения порошка оксида железа уравнения регрессии имеют следующий вид:

а) для среднего размера частиц:

$$D_{\text{ст}} = 4,8083 + 2,2 \cdot x_1 + 2,4417 \cdot x_2 + 0,525 \cdot x_3 + 1,05 \cdot x_1 \cdot x_2 + 0,3 \cdot x_1 \cdot x_3 \quad (5)$$

б) для производительности процесса получения порошка:

$$П_{\text{ст}} = 44,3958 + 26,854167 \cdot x_1 + 8,020833 \cdot x_2 - 1,770833 \cdot x_3 + 1,729167 \cdot x_1 \cdot x_2 + 0,854167 \cdot x_1 \cdot x_3 \quad (6)$$

Исследования полученных порошков показали, что форма частиц сферическая или слегка эллипсоидная. Диаметр частиц варьируется в пределах от 50 нм до 500 мкм. Особый интерес в данном случае представляют порошки с размерами частиц менее 1 мкм, которые относятся к категории наноразмерных порошков. Для определения гранулометрического состава полученных наноразмерных порошков (рис. 15) использовался набор сит с ячейками от 50 нм до 2,5 мкм с шагом 50 нм.

На рис. 16 показаны микрофотографии порошка никеля полученного при $U = 430$ В, $I = 0,44$ А, и $P = 26$ кПа.

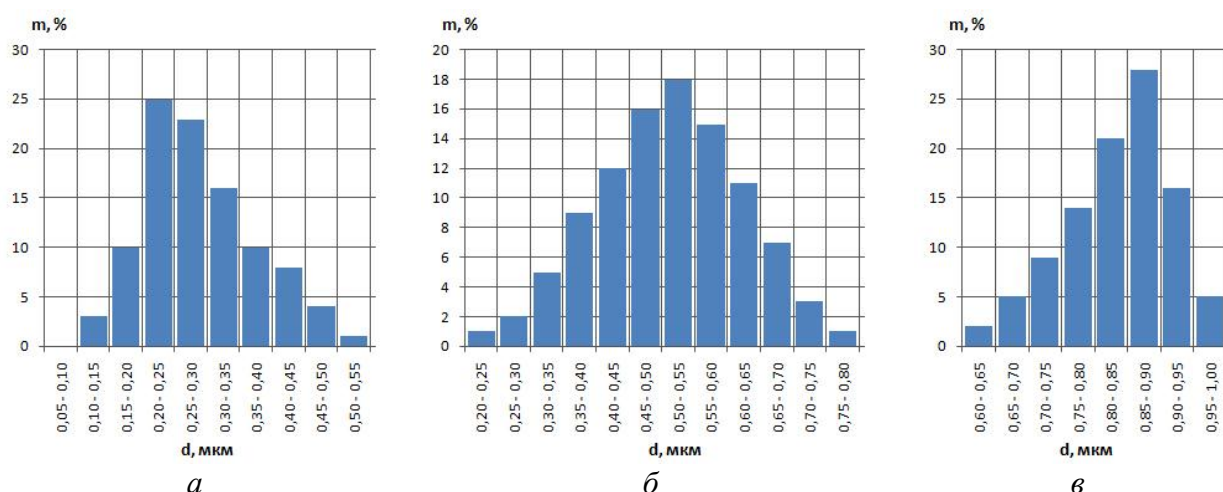


Рис. 15. Гранулометрические составы порошков никеля, полученных при:

a – $U = 312$ В, $I = 0,34$ А, $P = 8$ кПа; *б* – $U = 390$ В, $I = 0,38$ А, $P = 16$ кПа;

в – $U = 430$ В, $I = 0,44$ А, $P = 26$ кПа

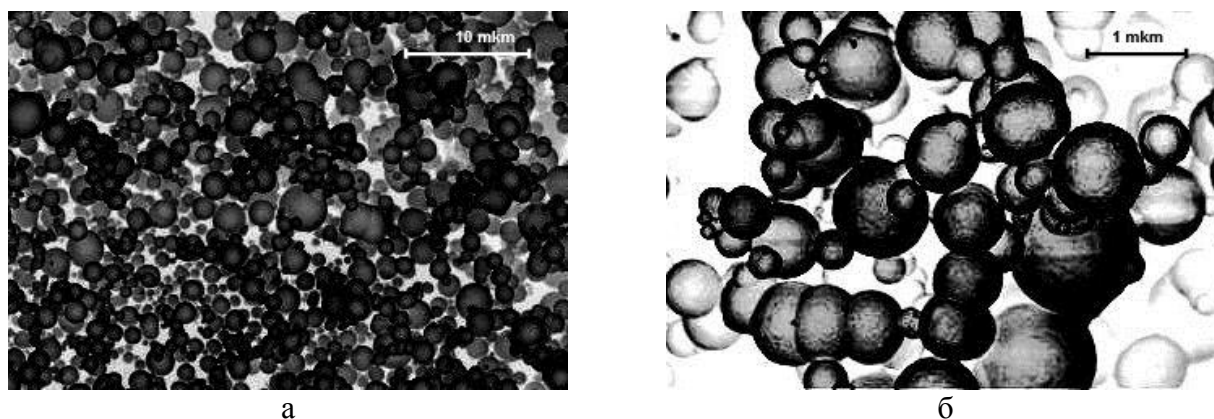


Рис. 16. Микрофотографии порошка никеля, полученного при $U = 430$ В, $I = 0,44$ А, $P = 26$ кПа: *а* – увеличение в 800 раз, *б* – увеличение в 8 000 раз

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Разработана и создана экспериментальная установка для исследования электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом при атмосферном и пониженном давлениях в широком диапазоне параметров $U = 50 \div 4000$ В, $I = 0,01 \div 10$ А, $P = 2 \div 100$ кПа, $l = 0,5 \div 100$ мм и $v = 0 \div 0,5$ м/с.

2. Проведены экспериментальные исследования напряжения электрического пробоя между металлическим анодом и проточным электролитическим катодом. Установлено отклонение напряжения пробоя от обобщенной кривой Пашена при использовании в качестве электролита технической воды и растворов NaCl и CuSO₄ в технической и очищенной водах.

3. Исследовано развитие электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом в широком диапазоне параметров U , I , P , l и v . Установлены искажения структуры катодных пятен под действием течения электролита, особенности анодного пятна на поверхности

твёрдого электрода. Установлен переход АТР в МР. Определены зависимости плотности тока на металлическом аноде и проточном электролитическом катоде. Выявлено выполнение закона Геля в небольшом диапазоне тока разряда для анодного и катодного пятен. Обнаружено образование темного пространства со стороны катода при угле конусности разряда более 120° . Установлен характер распределения потенциала и напряженности электрического поля между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом. Изучены пульсации тока и напряжения электрического разряда. Установлено увеличение коэффициентов пульсаций тока и напряжения разряда при переходе АТР в МР и при уменьшении давления.

4. Проанализированы и обобщены ВАХ электрического разряда между металлическим анодом и проточным электролитическим катодом. Максимальное среднеквадратическое отклонение экспериментальных значений напряжения разряда от расчетных, полученных по формулам, составляет менее 5%. Поэтому их можно рекомендовать для инженерного расчета плазменных установок с проточным электролитическим катодом.

5. Разработана методика получения наноразмерного порошка никеля и оксида железа при пониженном давлении с использованием электрического разряда между проточным электролитическим катодом и металлическим анодом.

По теме диссертации опубликованы следующие работы:

Научные статьи, опубликованные в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях, рекомендованных ВАК:

1. *Насибуллин Р.Т.* Об особенностях электрического разряда между электролитическим катодом и металлическим анодом / Гайсин Ал. Ф., Насибуллин Р.Т. // Физика плазмы. 2011 – Т. 37, №10 – С. 959-966.
2. *Насибуллин Р.Т.* Модернизация плазменной установки для получения ферромагнитных нанопорошков / Гайсин Ал.Ф., Гумеров А.З, Саримов Л.Р., Насибуллин Р.Т. // Научно-технический вестник Поволжья. 2011. – №4. – С. 49-54.
3. *Насибуллин Р.Т.* Исследование колебаний тока электрического разряда между металлическим и электролитическим электродами при атмосферном и пониженных давлениях / Гайсин Ал.Ф., Гумеров А.З, Саримов Л.Р., Насибуллин Р.Т. // Научно-технический вестник Поволжья. 2011. – №6. – С. 29-32.

Работы, опубликованные в других изданиях:

4. *Насибуллин Р.Т.* Распределение потенциала в электролите разряда между металлическим и электролитическим электродами / Абдрахманов Р.Н., Гайсин Ф.М., Гумеров А.З., Насибуллин Р.Т., Садриев Р.Ш., Саримов Л.Р. // Шестая Международная научно-практическая конференция «Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности», сборник трудов конференции, С-Пб, Изд-во Политех. унив-та 2008. С. 121-123
5. *Насибуллин Р.Т.* Электрические характеристики многоканального разряда между металлическим анодом и электролитическим катодом при атмосферном давлении / Насибуллин Р.Т., Садриев Р.Ш. // Международная молодежная научная конференция «XVII ТУПОЛЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ», сборник трудов конференции, Казань, КГТУ им. А.Н. Туполева, 2009. С. 132-133
6. *Насибуллин Р.Т.* Структура многоканального разряда между металлическим стальным анодом и электролитическим катодом при атмосферном и пониженных давлениях / Гайсин Ал.Ф., Гумеров А.З., Насибуллин Р.Т., Садриев Р.Ш., Саримов Л.Р. // Восьмая

- Международная научно-практическая конференция «Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности», сборник трудов конференции, С-Пб, Изд-во Политех. унив-та 2009. С. 108-109
7. *Насибуллин Р.Т.* Падение напряжения в электролитическом катоде для многоканального разряда при атмосферном и пониженных давлениях / Гайсин Ал.Ф., Гумеров А.З, Насибуллин Р.Т., Саримов Л.Р. // XXXVII Международная (Звенигородская) конференция по физике плазмы и УТС: тезисы докладов, Москва 2010. С. 298
 8. *Насибуллин Р.Т.* Обобщенные вольтамперные характеристики многоканального разряда между металлическим анодом и электролитическим катодом при пониженных давлениях / Гайсин Ал.Ф., Насибуллин Р.Т. // Международная молодежная научная конференция «XVIII ТУПОЛЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ», сборник трудов конференции, Казань, КГТУ им. А.Н. Туполева, 2010, том 2. С. 195-197
 9. *Насибуллин Р.Т.* Плотность тока электрического разряда между металлическим анодом и электролитическим катодом при пониженных давлениях / Насибуллин Р.Т. // II студенческая международная научно-практическая конференция «Интеллектуальный потенциал XXI века: ступени познания», сборник материалов конференции, Новосибирск, Изд-во НГТУ, 2010. С. 191-194
 10. *Насибуллин Р.Т.* Распределение потенциала и напряженность электрического поля в электрическом разряде между металлическим анодом и электролитическим катодом при пониженных давлениях / Гайсин Ал.Ф., Насибуллин Р.Т. // Десятая Международная научно-практическая конференция «Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности», сборник трудов конференции, С-Пб, Изд-во Политех. унив-та 2010. С. 320-322
 11. *Насибуллин Р.Т.* Зажигание разряда между электролитическим катодом и металлическим анодом при пониженных давлениях / Гайсин Ал.Ф., Насибуллин Р.Т. // XXXVIII Международная (Звенигородская) конференция по физике плазмы и УТС: тезисы докладов, Москва 2011. С. 283
 12. *Насибуллин Р.Т.* Колебания тока электрического разряда между электролитическим катодом и металлическим анодом / Гайсин Ал.Ф., Насибуллин Р.Т. // Международная конференция «Физика высокочастотных разрядов» (ICPRFD 2011): материалы конференции, Казань, КГТУ, 2011. С. 188-189
 13. *Насибуллин Р.Т.* Примесный состав ферромагнитных порошков, получаемых плазмохимическим способом/ Гайсин Ал.Ф., Насибуллин Р.Т. // Международная научная конференция «Плазменные технологии исследования, модификации и получения материалов различной физической природы», сборник материалов конференции, Казань, КНИТУ, 2012. С. 150

